## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2003-327831

(43)Date of publication of application: 19.11.2003

(51)Int.CI.

CO8L 83/05 CO8J 5/18 CO8K 3/22 CO8L 83/07 HO5K 9/00 // HO1F 1/00 HO1F 1/37

(21)Application number: 2002-138719

(71)Applicant:

DOW CORNING TORAY SILICONE CO LTD

TDK CORP

(22)Date of filing:

14.05,2002

(72)Inventor:

SEKIBA KAZUHIRO TANAKA TAKASHI SASAKI HIDENORI TAKAHASHI HIDEOMI

(54) CURABLE SILICONE COMPOSITION FOR FORMING SOFT MAGNETIC COMPOSITE MATERIAL AND THE SOFT MAGNETIC COMPOSITE MATERIAL

#### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a curable silicone composition easily molded to form a soft magnetic composite material even when a powdery soft magnetic material is highly filled to obtain the soft magnetic composite material excellent in electromagnetic wave–absorption properties and provide the soft magnetic composite material excellent in the electromagnetic wave–absorption properties, flame retardance and heat conductivity. SOLUTION: The composition comprises at least (A) a curable organopolysiloxane, (B) a curing agent, (C) the powdery soft magnetic material and (D) an organosiloxane expressed by general formula: [R1aR2(3−a)SiO(R22 SiO)n]bSiR2[4−(b+c)](OR3)c (wherein R1 expresses a monovalent hydrocarbon group having an aliphatic unsaturated bond, R2 expressed a monovalent hydrocarbon not having the same or different aliphatic unsaturated bond: R3 expresses an alkyl or an alkoxyalkyl; a expresses 1−3 integer, b expresses 1−3 integer, c expresses 1−3 integer, b+c expresses 1−3 integer, n expresses ≥0 integer). The soft magnetic complex material is obtained by molding the composition.

## **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

11.05.2005

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2003-327831 (P2003-327831A)

(43)公開日 平成15年11月19日(2003.11.19)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>		識別記号	FΙ	テーマコート*(参考)
C08L	83/05		C 0 8 L 83/05	4F071
C 0 8 J	5/18	CFH	C 0 8 J 5/18	CFH 4J002
C08K	3/22		C 0 8 K 3/22	5 E 0 4 0
C08L	83/07		C 0 8 L 83/07	5 E 0 4 1
H05K	9/00		H 0 5 K 9/00	M 5E321
			審査請求 未請求 請求項の数8	OL (全 10 頁) 最終頁に続く
	·· <u>·····</u>			

(21)出願番号 特願2002-138719(P2002-138719)

(22)出願日 平成14年5月14日(2002.5.14)

(71)出願人 000110077

東レ・ダウコーニング・シリコーン株式会

社

東京都千代田区丸の内一丁目1番3号

(71)出頭人 000003067

TDK株式会社

東京都中央区日本橋1丁目13番1号

(74)代理人 100091579

弁理士 久保田 芳春

最終頁に続く

#### (54) 【発明の名称】 復合軟磁性体形成用硬化性シリコーン組成物および複合軟磁性体

#### (57)【要約】

【課題】 電磁波吸収特性が優れる複合軟磁性体を得るため軟磁性粉を高充填しても、前記複合軟磁性体を成形性良く形成できる硬化性シリコーン組成物、および電磁波吸収特性が優れ、かつ難燃性および熱伝導性が優れる複合軟磁性体を提供する。

【解決手段】 (A)硬化性オルガノボリシロキサン、(B)硬化剤、(C)軟磁性粉、および(D)一般式:[R¹』 R²、、、SiO(R²、SiO)。]。SiR²、、、、、、(OR³)。 (式中、R¹は脂肪族不飽和結合を有する一価炭化水素基、R²は同種もしくは異種の脂肪族不飽和結合を有さない一価炭化水素基、R¹はアルキル基またはアルコキシアルキル基、aは1~3の整数、bは1~3の整数、cは1~3の整数、かつ、b+cは2~4の整数、nは0以上の整数)で表されるオルガノシロキサン、から少なくともなる複合軟磁性体形成用硬化性シリコーン組成物、および該組成物を硬化してなる複合軟磁性体。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A)硬化性オルガノポリシロキサン、 (B)硬化剤、(C)軟磁性粉、および(D)一般式:  $[R_{a}^{1}R_{(3-a)}^{2}SiO(R_{3}^{2}SiO)_{n}]_{b}SiR_{(4-(b+c))}^{2}(O$  $R^3$ ).

1

(式中、R¹は脂肪族不飽和結合を有する一価炭化水素 基であり、R'は同種もしくは異種の脂肪族不飽和結合 を有さない一価炭化水素基であり、R³はアルキル基ま たはアルコキシアルキル基であり、aは1~3の整数で あり、bは1~3の整数であり、cは1~3の整数であ 10 り、かつ、b+cは2~4の整数であり、nは0以上の 整数である。)で表されるオルガノシロキサン、から少 なくともなる複合軟磁性体形成用硬化性シリコーン組成 物。

【請求項2】 硬化性シリコーン組成物がヒドロシリル 化反応により硬化することを特徴とする、請求項1記載 の複合軟磁性体形成用硬化性シリコーン組成物。

【請求項3】 (C)成分が、軟磁性金属粉または酸化物 磁性粉 (フェライト粉) であることを特徴とする、請求 項1記載の複合軟磁性体形成用硬化性シリコーン組成 物。

軟磁性金属粉が、表面が酸化処理されて 【請求項4】 いる扁平状金属粉であるととを特徴とする、請求項3記 載の複合軟磁性体形成用硬化性シリコーン組成物。

【請求項5】 (C)成分の含有量が、(A)成分100重 **量部に対して40~1,000重量部であることを特徴** とする、請求項1記載の複合軟磁性体形成用硬化性シリ コーン組成物。

(D)成分の含有量が、(C)成分100重 【請求項6】 量部に対して0.05~10重量部であることを特徴と する、請求項1記載の複合軟磁性体形成用硬化性シリコ ーン組成物。

【請求項7】 請求項1乃至6のいずれか1項記載の硬 化性シリコーン組成物を硬化してなる複合軟磁性体。

【請求項8】 シート状であることを特徴とする、請求 項7記載の複合軟磁性体。

#### 【発明の詳細な説明】

## [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、複合軟磁性体形成 用硬化性シリコーン組成物および複合軟磁性体に関し、 詳しくは、電磁波吸収特性が優れる複合軟磁性体を得る ため軟磁性粉を髙充填しても、前記複合軟磁性体を成形 性良く形成することができる硬化性シリコーン組成物、 および電磁波吸収特性が優れ、かつ難燃性および熱伝導 性が優れる複合軟磁性体に関する。なお、本発明での電 磁波吸収特性とは、遠方電磁界の吸収だけでなく、近傍 電磁界に対する吸収効果も含んだ広義の範囲を表してい る。

## [0002]

【従来の技術】軟磁性粉を含有する硬化性シリコーン組 50 い。

成物、およびそれを硬化してなる複合軟磁性体は、例え ば、特開2000-294977号公報、特開2001 -44687号公報、特開2001-294752号公 報、特開2001-119189号公報により公知であ る。一般に、複合軟磁性体の電磁波吸収特性を向上させ るためには、軟磁性粉を硬化性シリコーン組成物中に高 充填する必要がある。

【0003】しかし、軟磁性粉を硬化性シリコーン組成 物に高充填すると、均一な組成物が得られなかったり、 また、得られる組成物の成形性が悪化するという問題が あった。

#### [0004]

【発明が解決しようとする課題】本発明者らは上記の課 題について鋭意検討した結果、本発明に達した。すなわ ち、本発明の目的は、電磁波吸収特性が優れる複合軟磁 性体を得るため軟磁性粉を髙充填しても、前記複合軟磁 性体を成形性良く形成するととができる硬化性シリコー ン組成物、および電磁波吸収特性が優れ、かつ難燃性お よび熱伝導性が優れる複合軟磁性体を提供することにあ 20 る。

#### [0005]

【課題を解決するための手段】本発明の複合軟磁性体形 成用硬化性シリコーン組成物は、(A)硬化性オルガノボ リシロキサン、(B)硬化剤、(C)軟磁性粉、および(D) 一般式:

 $[R^1, R^2, SiO(R^2, SiO)_n]_b SiR^2_{(4-(b+c))}(O$  $R^3$ ).

(式中、R¹は脂肪族不飽和結合を有する一価炭化水素 基であり、R'は同種もしくは異種の脂肪族不飽和結合 30 を有さない一価炭化水素基であり、R'はアルキル基ま たはアルコキシアルキル基であり、aは1~3の整数で あり、bは1~3の整数であり、cは1~3の整数であ り、かつ、b+cは2~4の整数であり、nは0以上の 整数である。) で表されるオルガノシロキサン、から少 なくともなることを特徴とする。また、本発明の複合軟 磁性体は、上記の組成物を硬化してなることを特徴とす る。

### [0006]

【発明の実施の形態】はじめに、本発明の複合軟磁性体 40 形成用硬化性シリコーン組成物を詳細に説明する。(A) 成分は本組成物の主剤である硬化性オルガノポリシロキ サンであり、(B)成分は前記(A)成分を架橋するための 硬化剤である。本組成物を硬化して得られる硬化物の性 状は限定されないが、例えば、高硬度のゴム状、低硬度 のゴム状、ゲル状が挙げられる。また、本組成物の硬化 機構は限定されず、例えば、ヒドロシリル化反応、有機 過酸化物によるフリーラジカル反応、縮合反応が挙げら れ、特に、加熱により速やかに硬化し、副生成物が発生 しないことからヒドロシリル化反応であることが好まし

れる。

【0007】本組成物がヒドロシリル化反応により硬化 する場合には、(A)成分は一分子中に平均0.1個以上 のケイ素原子結合アルケニル基を有するオルガノポリシ ロキサンであることが好ましく、さらに、一分子中に平 均0.5個以上のケイ素原子結合アルケニル基を有する オルガノポリシロキサンであることが好ましく、特に、 一分子中に平均0.8個以上のケイ素原子結合アルケニ ル基を有するオルガノボリシロキサンであることが好ま しい。とれは、一分子中のケイ素原子結合アルケニル基 の平均値が上記範囲の下限未満であると、得られる組成 物が十分に硬化しなくなる傾向があるからである。

【0008】 このオルガノポリシロキサン中のアルケニ ル基としては、例えば、ビニル基、アリル基、ブテニル 基、ペンテニル基、ヘキセニル基が挙げられ、好ましく は、ビニル基である。また、このオルガノボリシロキサ ン中のアルケニル基以外のケイ素原子に結合している基 としては、例えば、メチル基、エチル基、プロビル基、 ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基等のアルキル基;シ クロベンチル基、シクロヘキシル基等のシクロアルキル 基;フェニル基、トリル基、キシリル基等のアリール 基;ベンジル基、フェネチル基等のアラルキル基;3, 3,3-トリフルオロプロピル基、3-クロロプロピル 基等のハロゲン化アルキル基が挙げられ、好ましくは、 アルキル基、アリール基であり、特に好ましくは、メチ ル基、フェニル基である。また、このオルガノボリシロ キサンの25℃における粘度は限定されないが、50~ 100,000mPa·sの範囲内であることが好ましく、特 に、100~50,000mPa·sの範囲内であることが好 ましい。これは、25°Cにおける粘度が上記範囲の下限 未満であると、得られるシリコーン硬化物の物理的特性 30 が著しく低下する傾向があるからであり、一方、上記範 囲の上限を超えると、得られる硬化性シリコーン組成物 の取扱作業性が著しく低下する傾向があるからである。 とのようなオルガノポリシロキサンの分子構造は限定さ れず、例えば、直鎖状、分岐鎖状、一部分岐を有する直 鎖状、樹枝状(デンドリマー状)が挙げられ、好ましく は、直鎖状、一部分岐を有する直鎖状である。また、と のオルガノポリシロキサンは、これらの分子構造を有す る単一の重合体、これらの分子構造からなる共重合体、 またはこれらの重合体の混合物であってもよい。

【0009】このようなオルガノポリシロキサンとして は、例えば、分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封 鎖ジメチルポリシロキサン、分子鎖両末端メチルフェニ ルビニルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン、分子 鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ジメチルシロキ サン・メチルフェニルシロキサンコポリマー、分子鎖両 末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン ・メチルビニルシロキサンコポリマー、分子鎖両末端ト リメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルビ ニルシロキサンコポリマー、分子鎖両末端ジメチルビニ 50 原子が0.1~10モルの範囲内となる量であることが

ルシロキシ基封鎖メチル(3,3,3-トリフルオロプロ ピル)ポリシロキサン、分子鎖両末端シラノール基封鎖

ジメチルシロキサン・メチルビニルシロキサンコポリマ ー、分子鎖両末端シラノール基封鎖ジメチルシロキサン ・メチルビニルシロキサン・メチルフェニルシロキサン コポリマー、式:(CH,),SiO1/2で表されるシロキサ ン単位と式: (CH,), (CH,=CH)SiO,,,で表され るシロキサン単位と式:CH,SiO,/2で表されるシロ ·キサン単位と式:(CH,),SiO,,,で表されるシロキサ ン単位からなるオルガノシロキサンコボリマーが挙げら

【0010】本組成物がヒドロシリル化反応により硬化 する場合には、(B)成分は、一分子中に平均2個以上の ケイ素原子結合水素原子を有するオルガノポリシロキサ ンと白金系触媒からなる。

【0011】とのオルガノポリシロキサン中の水素原子 以外のケイ素原子結合に結合している基としては、例え ば、メチル基、エチル基、プロビル基、ブチル基、ペン チル基、ヘキシル基等のアルキル基;シクロペンチル 20 基、シクロヘキシル基等のシクロアルキル基;フェニル 基、トリル基、キシリル基等のアリール基:ベンジル 基、フェネチル基等のアラルキル基;3,3,3-トリフ ルオロプロピル基、3-クロロプロピル基等のハロゲン 化アルキル基が挙げられ、好ましくは、アルキル基、ア リール基であり、特に好ましくは、メチル基、フェニル 基である。また、このオルガノポリシロキサンの25℃ における粘度は限定されないが、 $1 \sim 100,000$  mPa  $\cdot$ sの範囲内であることが好ましく、特に、 $1 \sim 5,00$ OmPa·sの範囲内であることが好ましい。このようなオ ルガノポリシロキサンの分子構造は限定されず、例え ば、直鎖状、分岐鎖状、一部分岐を有する直鎖状、環 状、樹枝状 (デンドリマー状) が挙げられる。このオル ガノポリシロキサンは、これらの分子構造を有する単一 の重合体、これらの分子構造からなる共重合体、または これらの重合体の混合物であってもよい。

【0012】 このようなオルガノポリシロキサンとして は、例えば、分子鎖両末端ジメチルハイドロジェンシロ キシ基封鎖ジメチルポリシロキサン、分子鎖両末端トリ メチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルハイ ドロジェンシロキサンコポリマー、分子鎖両末端ジメチ ルハイドロジェンシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・ メチルハイドロジェンシロキサンコポリマー、式:(C H,), SiO1/2で表されるシロキサン単位と式:(CH,) 、HSiO、ノスで表されるシロキサン単位と式:SiO、ノス で表されるシロキサン単位からなるオルガノシロキサン コポリマーが挙げられる。

【0013】本組成物において、このオルガノボリシロ キサンの含有量は、(A)成分中のケイ素原子結合アルケ ニル基1モルに対して、本成分中のケイ素原子結合水素 好ましく、特に、0.1~5モルの範囲内となる量であることが好ましい。これは本成分の含有量が上記範囲の下限未満となる量であると、得られる硬化性シリコーン組成物が十分に硬化しなくなる傾向があるからであり、一方、上記範囲の上限を超えると、得られるシリコーン硬化物が非常に硬質となり、表面に多数のクラックを生じたりする傾向があるからである。

【0014】また、白金系触媒としては、塩化白金酸、塩化白金酸のアルコール溶液、白金のオレフィン錯体、白金のアルケニルシロキサン錯体、白金のカルボニル錯 10体が例示される。白金系触媒の含有量は、(A)成分に対して触媒中の白金金属が重量単位で0.01~1,000ppmの範囲内となる量であることが好ましく、特に、0.1~500ppmの範囲内となる量であることが好ましい。これは、本成分の含有量が上記範囲の下限未満であると、得られる硬化性シリコーン組成物が十分に硬化しなくなる傾向があるからであり、一方、上記範囲の上限を超える量を含有しても得られる硬化性シリコーン組成物の硬化速度は著しくは向上しないからである。

【0015】また、本組成物がフリーラジカル反応によ 20 り硬化する場合には、(A)成分のオルガノポリシロキサンは特に限定されないが、一分子中に少なくとも1個のケイ素原子結合アルケニル基を有するオルガノポリシロキサンであることが好ましい。

【0016】とのオルガノポリシロキサン中のアルケニ ル基としては、前記と同様のアルケニル基が例示され、 好ましくは、ビニル基である。また、このオルガノポリ シロキサン中のアルケニル基以外のケイ素原子に結合し ている基としては、前記と同様のアルキル基、シクロア ルキル基、アリール基、アラルキル基、ハロゲン化アル キル基が例示され、好ましくは、アルキル基、アリール 基であり、特に好ましくは、メチル基、フェニル基であ る。また、このオルガノポリシロキサンの25℃におけ る粘度は限定されないが、50~100,000mPa·sの 範囲内であることが好ましく、特に、100~50,0 00mPa·sの範囲内であることが好ましい。これは、2 5℃における粘度が上記範囲の下限未満であると、得ら れるシリコーン硬化物の物理的特性が著しく低下する傾 向があるからであり、一方、上記範囲の上限を超える と、得られる硬化性シリコーン組成物の取扱作業性が著 40 しく低下する傾向があるからである。このようなオルガ ノポリシロキサンの分子構造は限定されず、例えば、直 鎖状、分岐鎖状、一部分岐を有する直鎖状、樹枝状(デ ンドリマー状)が挙げられ、好ましくは、直鎖状、一部 分岐を有する直鎖状である。また、このオルガノポリシ ロキサンは、これらの分子構造を有する単一の重合体、 これらの分子構造からなる共重合体、またはこれらの重 合体の混合物であってもよい。

【0017】このようなオルガノポリシロキサンとして 基、アラルキル基、ハロゲン化アルキル基が例示されは、例えば、分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封 50 る。また、このオルガノポリシロキサンの25℃におけ

鎖ジメチルポリシロキサン、分子鎖両末端メチルフェニ ルビニルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン、分子 鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ジメチルシロキ サン・メチルフェニルシロキサンコポリマー、分子鎖両 末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン ・メチルビニルシロキサンコポリマー、分子鎖両末端ト リメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルビ ニルシロキサンコポリマー、分子鎖両末端ジメチルビニ ルシロキシ基封鎖メチル(3,3,3-トリフルオロプロ ピル)ポリシロキサン、分子鎖両末端シラノール基封鎖 ジメチルシロキサン・メチルピニルシロキサンコポリマ ー、分子鎖両末端シラノール基封鎖ジメチルシロキサン ・メチルビニルシロキサン・メチルフェニルシロキサン コポリマー、式:(CH<sub>3</sub>),SiO<sub>1/2</sub>で表されるシロキサ ン単位と式: (CH,), (CH, = CH) SiO,,,で表され るシロキサン単位と式: CH, SiO, パで表されるシロ キサン単位と式:(CH,),SiO,,,で表されるシロキサ ン単位からなるオルガノシロキサンコポリマーが挙げら れる。

6

【0018】また、本組成物がフリーラジカル反応により硬化する場合には、(B)成分は有機過酸化物である。この有機過酸化物としては、ベンゾイルパーオキサイド、pーメチルベンゾイルパーオキサイド、ジクミルパーオキサイド、2,5ージメチルビス(2,5ーtーブチルパーオキシ)へキサン、ジーtーブチルパーオキサイド、tーブチルパーベンゾエートが例示される。この有機過酸化物の含有量は、(A)成分100重量部に対して0.1~5重量部の範囲内であることが好ましい。

【0019】また、本組成物が縮合反応により硬化する 30 場合には、(A)成分は、一分子中に少なくとも2個のシ ラノール基もしくはケイ素原子結合加水分解性基を有す るオルガノポリシロキサンである。このオルガノポリシ ロキサン中のケイ素原子結合加水分解性基としては、例 えば、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基等のアル コキシ基;ビニロキシ基、イソプロペニルオキシ基、1 -エチル-2-メチルビニルオキシ基等のアルケノキシ 基;メトキシエトキシ基、エトキシエトキシ基、メトキ シプロポキシ基等のアルコキシアルコキシ基;アセトキ シ基、オクタノイルオキシ基等のアシロキシ基;ジメチ ルケトオキシム基、メチルエチルケトオキシム基等のケ トオキシム基;ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、 ブチルアミノ基等のアミノ基; ジメチルアミノキシ基、 ジェチルアミノキシ基等のアミノキシ基;N-メチルア セトアミド基、N-エチルアセトアミド基等のアミド基 が挙げられる。また、このオルガノポリシロキサン中の シラノール基またはケイ素原子結合加水分解性基以外の ケイ素原子に結合している基としては、前記と同様のア ルキル基、シクロアルキル基、アルケニル基、アリール 基、アラルキル基、ハロゲン化アルキル基が例示され

る粘度は限定されないが、20~100,000 mPa·sの 範囲内であることが好ましく、特に、100~100. 000mPa·sの範囲内であることが好ましい。なお、 (D)成分に該当するオルガノシロキサンは本成分に含ま れない。

【0020】 このようなオルガノポリシロキサンとして は、例えば、分子鎖両末端シラノール基封鎖ジメチルボ リシロキサン、分子鎖両末端シラノール基封鎖ジメチル シロキサン・メチルフェニルシロキサンコポリマー、分 子鎖両末端トリメトキシシロキシ基封鎖ジメチルボリシ 10 ロキサン、分子鎖両末端トリメトキシシロキシ基封鎖ジ メチルシロキサン・メチルフェニルシロキサンコポリマ ー、分子鎖両末端メチルジメトキシシロキシ基封鎖ジメ チルポリシロキサン、分子鎖両末端トリエトキシシロキ シ基封鎖ジメチルポリシロキサン、分子鎖両末端トリメ トキシシリルエチル基封鎖ジメチルポリシロキサンが挙 げられる。

[0021]また、本組成物が縮合反応により硬化する 場合には、(B)成分は、一分子中に少なくとも3個のケ イ素原子結合加水分解性基を有するシランもしくはその 20 部分加水分解物、および必要に応じて縮合反応用触媒で ある。

【0022】このシラン中のケイ素原子結合加水分解性 基としては、前記と同様のアルコキシ基、アルコキシア・ ルコキシ基、アシロキシ基、ケトオキシム基、アルケノ キシ基、アミノ基、アミノキシ基、アミド基が例示され る。また、とのシラン中の加水分解性基以外のケイ素原 子に結合している基としては、前記と同様のアルキル 基、シクロアルキル基、アルケニル基、アリール基、ア ようなシランもしくはその部分化水分解物としては、例 えば、メチルトリエトキシシラン、ビニルトリエトキシ シラン、ビニルトリアセトキシシラン、エチルオルソシ リケートが挙げられる。

【0023】本組成物において、このシランもしくはそ の部分加水分解物の含有量は、(A)成分100重量部に 対して0.01~20重量部の範囲内であることが好ま しく、特に、0.1~10重量部の範囲内であることが 好ましい。これは、このシランもしくはその部分加水分 解物の含有量が上記範囲の下限未満の量であると、得ら 40 れる組成物の貯蔵安定性が低下したり、また、接着性が 低下する傾向があるからであり、一方、上記範囲の上限 をこえる量であると、得られる組成物の硬化が著しく遅 くなったりする傾向があるからである。

[0024]また、縮合反応用触媒は任意の成分であ り、例えば、アミノキシ基、アミノ基、ケトオキシム基 を有するシランを硬化剤として用いる場合には必須では ない。このような縮合反応用触媒としては、例えば、テ トラブチルチタネート、テトライソプロピルチタネート 等の有機チタン酸エステル;ジイソプロポキシビス(ア

セチルアセテート)チタン、ジイソプロポキシビス(エチ ルアセトアセテート)チタン等の有機チタンキレート化 合物; アルミニウムトリス(アセチルアセトネート)、ア ルミニウムトリス(エチルアセトアセテート)等の有機ア ルミニウム化合物;ジルコニウムテトラ(アセチルアセ トネート)、ジルコニウムテトラブチレート等の有機ア ルミニウム化合物:ジブチルスズジオクトエート、ジブ チルスズジラウレート、ブチルスズ-2-エチルヘキソ エート等の有機スズ化合物;ナフテン酸スズ、オレイン 酸スズ、ブチル酸スズ、ナフテン酸コバルト、ステアリ ン酸亜鉛等の有機カルボン酸の金属塩;ヘキシルアミ ン、燐酸ドデシルアミン等のアミン化合物、およびその 塩;ベンジルトリエチルアンモニウムアセテート等の4

級アンモニウム塩;酢酸カリウム、硝酸リチウム等のア

ルカリ金属の低級脂肪酸塩;ジメチルヒドロキシルアミ

ン、ジェチルヒドロキシルアミン等のジアルキルヒドロ

キシルアミン:その他、グアニジル基含有有機ケイ素化

合物が挙げられる。

【0025】縮合反応用触媒の含有量は限定されない が、(A)成分100重量部に対して0.01~20重量 部の範囲内であることが好ましく、特に、0.1~10 重量部の範囲内であることが好ましい。これは、この触 媒が必須である場合、との触媒の含有量が上記範囲の下 限未満の量であると、得られる組成物が十分に硬化しな くなる傾向があるからであり、一方、上記範囲の上限を こえると、得られる組成物の貯蔵安定性が低下する傾向 があるからである。

【0026】(C)成分は、本組成物を硬化することによ り形成される複合軟磁性体に電磁波吸収特性を付与する ラルキル基、ハロゲン化アルキル基が例示される。この 30 ための軟磁性粉であり、例えば、組成的な観点から軟磁 性金属粉または酸化物磁性粉(フェライト粉)が使用さ れる。とのような軟磁性金属粉としては、Fe-Si合 金、Fe-Al合金、Fe-Si-Al合金、Fe-S i-Cr合金、Fe-Ni合金、Fe-Ni-Co合、 金、Fe-Ni-Mo合金、Fe-Co合金、Fe-S i-Al-Cr合金、Fe-Si-B合金、Fe-Si -Co-B合金等の鉄系の合金粉、あるいは鉄粉(カー ボニル鉄粉)が例示される。また、このようなフェライ ト粉としては、Mn-Znフェライト、Mn-Mg-Z  $n \supset x \supset A \vdash Mg - Cu - Zn \supset x \supset A \vdash Ni - Z$ nフェライト、Ni-Cu-Znフェライト、Cu-Z nフェライト等のスピネル系フェライト、W型、Y型、 Z型、M型等の六方晶フェライトが例示される。フェラ イト粉はそれ自体不燃物であるため、難燃性の観点から は、金属磁性粉よりも有効である。さらには、フェライ トは金属系磁性材よりも電気抵抗が一般的に高いため、 絶縁性を要求される場合にも好適である。また、形状面 からは、粒状、球状、扁平状が利用可能である。これら のうち、現状の電磁ノイズの周波数を考慮した場合、扁 50 平状の軟磁性粉を用いることが好ましい。これは、軟磁 性粉を扁平形状とすることによって軟磁性粉に対する反 磁界が抑制され、その結果、現在のノイズ問題の中心で ある1GHz以下の周波数において磁気共鳴現象を実現 できるためである。また、軟磁性粉の大きさとしては、 粒度分布計によって求められた粒径の小さいほうから重 量を累計して50%になったときの平均粒径をD,oとし た場合、 $D_{so}$ が  $1 \sim 50 \mu m$ の範囲内であることが好ま しく、さらには、3~30μmの範囲内であることがよ り好ましい。また、軟磁性粉の形状が扁平状の場合に は、アスペクト比が5~100の範囲内であることが好 10 ましく、特に、10~50の範囲内であることが好まし い。これらの軟磁性粉のうち、扁平状の軟磁性金属粉が 好適に使用される。とれは、軟磁性金属粉は、材料の扁 平化が比較的容易であるため、その結果、前述したよう に現在のノイズ問題の中心である 1 G H z 以下の周波数 において高い電波吸収性能が実現できるためである。な お、扁平状の軟磁性金属粉は、比表面積が大きく活性が 高いため、複合軟磁性体の製造工程での安全性ならびに 複合軟磁性体の難燃性の観点から、粉体表面が酸化処理 されていることが好ましい。また、これらの軟磁性粉に 20 ついては、単独の種類を用いてもよいし、目的に応じ、 複数の種類を併用しても良い。このような(C)成分は、 特公昭54-27557号公報や特許第2,523,38 8号公報に記載された製造方法により調製することがで

きる。

【0027】(C)成分の含有量は限定されないが、良好 な電磁波吸収特性を有する複合軟磁性体を形成するため には、(A)成分100重量部に対して40~1,000 重量部の範囲内であることが好ましい。特に電磁波吸収 特性の優れた複合軟磁性体を形成するためには、(C)成 30 分の含有量は、(A)成分100重量部に対して50~ 1,000重量部の範囲内であることが好ましく、さら に、100~1,000重量部の範囲内であることが好 ましく、特に、200~1,000重量部の範囲内であ ることが好ましい。一方、成形性の優れた複合軟磁性体 形成用硬化性シリコーン組成物を得るためには、(C)成 分の含有量は、(A)成分100重量部に対して40~9 00重量部の範囲内であることが好ましく、特に、40 ~800重量部の範囲内であることが好ましい。以上の ことから、(C)成分の含有量は、(A)成分100重量部 40 に対して50~900重量部の範囲内であることが好ま しく、さらに、100~900重量部の範囲内であると とが好ましく、特に、200~800重量部の範囲内で あることが好ましい。これは、(C)成分の含有量が上記 範囲の下限未満であると、得られる複合軟磁性体の磁気 特性が不十分となる傾向があるからであり、一方、上記 範囲の上限を超えると、得られる(A)成分中に(C)成分 を均一に分散できなくなる傾向があり、かつ、成形が困 難となるからである。

【0028】(D)成分は、本組成物中に(C)成分を高充 50 好ましくは10~75の整数である。

填しても、得られる組成物の成形性を悪化させないためのオルガノシロキサンであり、一般式: [ $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ )。 $R^3$ )。 $R^3$ )。 $R^3$ )。

で表される。上式中のR1は脂肪族不飽和結合を有する 一価炭化水素基であり、例えば、ビニル基、アリル基、 ブテニル基、ヘキセニル基、デセニル基、ウンデセニル 基、ドデセニル基、トリデセニル基、テトラデセニル 基、ペンタデセニル基、ヘキサデセニル基、ヘプタデセ ニル基、オクタデセニル基、ノナデセニル基、エイコセ ニル基等の直鎖状アルケニル基;イソプロペニル基、2 - メチル-2-プロペニル基、2-メチル-10-ウン デセニル基等の分岐鎖状アルケニル基; ビニルシクロへ キシル基、ビニルシクロドデシル基等の脂肪族不飽和結 合を有する環状アルキル基;ビニルフェニル基等の脂肪 族不飽和結合を有するアリール基;ビニルベンジル基、 ビニルフェネチル基等の脂肪族不飽和結合を有するアラ ルキル基が挙げられ、好ましくは、直鎖状アルケニル基 であり、特に好ましくは、ビニル基、アリル基、ヘキセ ニル基である。R<sup>1</sup>中の脂肪族不飽和結合の位置は限定 されないが、結合するケイ素原子より違い位置であると とが好ましい。また、上式中のR'は同種もしくは異種 の脂肪族不飽和結合を有さない一価炭化水素基であり、 例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、 ヘキシル基、デシル基等の直鎖状アルキル基;イソプロ ピル基、ターシャリーブチル基、イソブチル基等の分岐 鎖状アルキル基;シクロヘキシル基等の環状アルキル 基:フェニル基、トリル基、キシリル基等のアリール 基;ベンジル基、フェネチル基等のアラルキル基が挙げ られ、好ましくは、アルキル基、アリール基であり、さ らに好ましくは、炭素原子数1~4のアルキル基であ り、特に好ましくは、メチル基、エチル基である。ま た、R'はアルキル基またはアルコキシアルキル基であ り、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル 基、ヘキシル基、デシル基等の直鎖状アルキル基:イソ プロピル基、ターシャリーブチル基、イソブチル基等の 分岐鎖状アルキル基:シクロヘキシル基等の環状アルキ ル基;メトキシエトキシ基、エトキシエトキシ基、メト キシプロポキシ基等のアルコキシアルキル基が挙げら れ、好ましくは、アルキル基であり、特に好ましくは、 メチル基、エチル基、プロピル基である。また、上式中 のaは1~3の整数であり、好ましくは1である。ま た、上式中のbは1~3の整数であり、好ましくは1で ある。また、上式中の c は 1 ~ 3 の整数であり、好まし くは3である。ととで、上式中のb+cは2~4の整数 である。また、上式中のnはO以上の整数であり、好ま しくは0~100の整数であり、より好ましくは1~1 00の整数であり、より好ましくは5~100の整数で あり、より好ましくは10~100の整数であり、特に

11

[0029] このような(D)成分を調製する方法としては、例えば、一般式:

R1, R1, SiO(R2, SiO), H

で表される分子鎖片末端シラノール基封鎖オルガノシロ キサンと一分子中に少なくとも2個のケイ素原子結合ア ルコキシ基を有するアルコキシシラン化合物とを酢酸等 の酸触媒の存在下で脱アルコール縮合反応させる方法が 挙げられる。

【0030】とのシラノール末端オルガノシロキサンにおいて、式中のR¹は脂肪族不飽和結合を有する一価炭化水素基であり、前記と同様の基が例示される。また、式中のR¹は同種もしくは異種の脂肪族不飽和結合を有さない一価炭化水素基であり、前記と同様の基が例示される。また、上式中のaは1~3の整数であり、好ましくは1である。また、上式中のnは0以上の整数であり、好ましくは0~100の整数であり、より好ましくは1~100の整数であり、より好ましくは1~100の整数であり、より好ましくは10~75の整数である。

【0031】また、一分子中に少なくとも2個のケイ素 20 原子結合アルコキシ基を有するアルコキシシラン化合物 は、一般式:

 $R^{2}$  (4-4)  $Si(OR^{3})_{d}$ 

で表される。このアルコキシシラン化合物において、式中のR'は脂肪族不飽和結合を有さない一価炭化水素基であり、前記と同様の基が例示される。また、R'はアルキル基またはアルコキシアルキル基であり、前記と同様の基が例示される。また、式中のdは2~4の整数であり、好ましくは4である。

【0032】 このようなアルコキシシラン化合物として 30 は、例えば、ジメトキシジメチルシラン、ジエトキシジエチルシラン、ジエトキシジエチルシラン等のジアルコキシジアルキルシラン化合物:トリメトキシメチルシラン、トリメトキシオチルシラン、トリエトキシメチルシラン、トリエトキシエチルシラン、トリエトキシメチルシラン、トリエトキシエチルシラン等のトリアルコキシアルキルシラン化合物:テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、テトラプロポキシシラン等のテトラアルコキシシラン化合物が挙げられる。また、酸触媒としては、例えば、酢酸、プロピオン酸等の脂肪酸が挙げ 40 られる。

【0033】とのような(D)成分としては、次のような化合物が例示される。

 $(CH_{2} = CH)(CH_{3})_{2} SiO[(CH_{3})_{2} SiO]_{3} Si(OCH_{3})_{3}$ 

(CH, =CHCH, )(CH, ), SiO[(CH, ), SiO], Si(OCH, ),

 $(CH_3 - CH_4 CH_4 CH_4 CH_5)_2 SiO[(CH_3)_2 SiO]_5 Si(OCH_3)_3$ 

 $(CH_{2} = CH)(CH_{3})_{2} SiO[(CH_{3})_{2} SiO]_{3} Si(OCH_{3})_{3}$ 

 $(CH_{*}=CH)(CH_{*})_{2}SiO[(CH_{*})_{2}SiO]_{7}Si(OC_{2}H_{5})_{3}$ 

(CH, =CHCH, )(CH, ), SiO[(CH, ), SiO], Si(OCH, ),

(CӉ =CHCӉ CӉ CӉ CӉ )(CӉ )、Si0[(CӉ )、Si0]、Si(OCӉ )。 50 3、5 - ジメチルー3 ーへキセンー1 ーイン等のエンー

(CH, =CH) (CH, ), SiO[(CH, ), SiO], SiCH, (OCH, ), (CH, =CH) (CH, ), SiO[(CH, ), SiO], SiCH, (OCH, ), (CH, =CH) (CH, ), SiO[(CH, ), SiO], Si(OCH, ), (CH, =CHCH, )(CH, ), SiO[(CH, ), SiO], Si(OCH, ),

(CH, =CHCH, OH, CH, CH, ) (CH, ), SiO[(CH, ), SiO], Si(OCH, )

(CH<sub>2</sub> =CH) (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> SiO[(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> SiO]<sub>2</sub>, Si (OC<sub>2</sub> H<sub>3</sub>)<sub>3</sub> (CH<sub>2</sub> =CH) (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> SiO[(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> SiO]<sub>2</sub>, Si CH<sub>3</sub> (OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (CH<sub>2</sub> =CH) (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> SiO[(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> SiO]<sub>3</sub>, Si (OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 10 (CH<sub>2</sub> =CHCH<sub>2</sub>) (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> SiO[(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> SiO]<sub>3</sub>, Si (OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> (CH<sub>3</sub> =CHCH<sub>2</sub> CH<sub>3</sub> CH<sub>3</sub> CH<sub>3</sub>) (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> SiO[(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> SiO]<sub>3</sub>, Si (OCH<sub>3</sub>)

 $(CH_{s} = CH)(CH_{s})_{s} SiO[(CH_{s})_{s} SiO]_{s}_{s} Si(OC_{s}H_{s})_{s}$  $(CH_s = CH)(CH_s)_s SiO[(CH_s)_s SiO]_s \circ SiCH_s (OCH_s)_s$ 【0034】(D)成分の含有量は、(C)成分の表面を処 理して、得られる複合軟磁性体形成用硬化性シリコーン 組成物中への分散性を向上できる量であれば限定されな いが、(C)成分100重量部に対して0.05~10重 量部の範囲内であるととが好ましく、さらに、0.1~ 10重量部の範囲内であることが好ましく、特に、0. 1~5重量部の範囲内であることが好ましい。これは、 (D)成分の含有量が上記範囲の下限未満であると、(C) 成分を多量に含有した場合に、得られる複合軟磁性体形 成用硬化性シリコーン組成物の成形性が低下したり、得 られる複合軟磁性体の貯蔵中に(C)成分が沈降分離しや すくなる傾向があるからであり、一方、上記範囲の上限 を超えると、得られる複合軟磁性体の物理的強度が低下 する傾向があるからである。

【0035】(C)成分の表面を(D)成分で処理する方法 としては、例えば、(C)成分と(D)成分を混合して、 (C)成分の表面を予め(D)成分で処理する方法、(A)成 分と(C)成分を混合した後、(D)成分を混合して、(A) 成分中で(C)成分の表面を(D)成分で処理する方法が挙 がられ、特に、後者の方法が好ましい。このようにして 得られた本組成物中には、(D)成分は(C)成分の表面を 処理した状態で含有されているか、または本組成物中に 単に含有されていてもよい。

イン化合物、ヒドラジン系化合物、フォスフィン系化合 物、メルカプタン系化合物等の硬化反応抑制剤を含有す ることが好ましい。この硬化反応抑制剤の含有量は限定 されないが、本組成物に対して0.001~1.0重量% の範囲内であることが好ましい。

13

[0037]次に、本発明の複合軟磁性体について詳細 に説明する。本発明の複合軟磁性体は、前記組成物を硬 化してなることを特徴とする。前記組成物を硬化させる 方法は限定されず、例えば、前記組成物を成形後、室温 で放置する方法、前記組成物を成形後、50~200℃ 10 に加熱する方法、射出成形する方法が挙げられる。ま た、このようにして得られる複合軟磁性体の性状は限定 されないが、例えば、高硬度のゴム状、低硬度のゴム 状、ゲル状が挙げられる。また、複合軟磁性体の形態に ついては限定されず、例えば、金型を使用することによ り各種形状に成形したものの他、シート状での形態も挙 げられる。このようなシート状の複合軟磁性体として は、両面に剥離性のフィルムを密着したもの、あるい は、片面にフィルムを一体化し、もう片面に剥離性のフ ィルムを密着したものが例示される。

【0038】シート状の複合軟磁性体を作製する方法と しては、前記組成物の硬化物に対して剥離可能なフィル ムの間に前記組成物を挟み込んだ状態で、所定の厚さに プレスし、加熱硬化させる方法が例示される。この加熱 方法としては、プレスしながら加熱するか、一旦プレス から取り出して、オーブンで加熱する方法のどちらでも 良い。

【0039】また、片面にフィルムを一体化してなるシ ート状の複合軟磁性体を作製する方法としては、必要に より、フィルムの表面を予め、シランカップリング剤、 チタンカップリング剤、アルミニウムカップリング剤等 によりプライマー処理するか、またはプラズマ処理、コ ロナ処理、アルカリ処理等により表面処理を施した易接 着性のフィルムと、前記組成物の硬化物に対して剥離可 能なフィルムとの間に、前記組成物を挟み込んだ状態 で、所定の厚さにプレスし、加熱硬化させる方法が例示 される。

[0040]

【実施例】本発明の複合軟磁性体形成用硬化性シリコー ン組成物および複合軟磁性体を実施例、比較例により詳 40 化させた。得られた複合軟磁性体の熱伝導率をJIS 細に説明する。なお、実施例中の特性は25°Cにおける 値である。なお、実施例で用いた、式:

 $(CH_{1} = CH)(CH_{1})_{2} SiO[(CH_{1})_{2} SiO]_{2}, Si(OCH_{1})_{3}$ で表されるオルガノシロキサンオリゴマーは、式:

 $(CH_{2} = CH)(CH_{3})_{2} SiO[(CH_{3})_{2} SiO]_{2}, OH$ 

で表されるオルガノシロキサンオリゴマーにテトラメト キシシラン(前記オルガノシロキサンオリゴマー1モル に対して10モルとなる量)を加えて、酢酸触媒の存在 下で加熱することにより、脱メタノール縮合反応させる ことにより調製した。

【0041】また、複合軟磁性体形成用硬化性シリコー ン組成物の成形性は次のようにして評価した。

[複合軟磁性体形成用硬化性シリコーン組成物の成形 性] 厚さ 0.2 mmの四フッ化エチレン樹脂フィルムの間 に、複合軟磁性体形成用硬化性シリコーン組成物の厚さ が2 mmとなるように挟み込んだ状態で、120℃で60 分間加熱して、前記組成物を硬化させた。その後、四フ ッ化エチレン樹脂フィルムを剥がし取り、シート状の複 合軟磁性体を成形できたかどうかを観察し、均一な複合 軟磁性体を成形できた場合を成形性が良好であるとし て:〇、均一な複合軟磁性体を成形できなかった場合を 成形性が不良であるとして:×、として評価した。

【0042】また、複合軟磁性体の電磁波吸収特性、難 燃性、および熱伝導率は次のようにして測定した。

[複合軟磁性体の電磁波吸収特性] 厚さ0.2mmのポリ プロピレン樹脂フィルムの間に、複合軟磁性体形成用硬 化性シリコーン組成物の厚さが 0.5 mmとなるように挟 み込んだ状態で、120℃で60分間加熱して、前記組 成物を硬化させ、その後、ポリプロピレン樹脂フィルム 20 を剥がし取り、シート状の複合軟磁性体を作成した。と の複合軟磁性体の透磁率をアジレントテクノロジー社製 のRFインピーダンス/マテリアルアナライザ4291 Bを使用して、周波数10MHzにて測定した。なお、軟 磁性体における電磁波吸収性能は、磁気共鳴現象による エネルギー吸収により発生し、材料の透磁率が大きいほ ど磁気共鳴によるエネルギー吸収が増加するため、こと では、透磁率を測定することにより電磁波吸収特性を評 価した。

[複合軟磁性体の難燃性] 厚さ0.2mmの四フッ化エチ 30 レン樹脂フィルムの間に、複合軟磁性体形成用硬化性シ リコーン組成物の厚さが0.5mmとなるように挟み込ん だ状態で、120℃で60分間加熱して、前記組成物を 硬化させた。その後、四フッ化エチレン樹脂フィルムを 剥がし取り、シート状の複合軟磁性体を成形し、UL、 94に規定の20mm垂直燃焼試験に従って難燃性を評価 した。

[複合軟磁性体の熱伝導率] 複合軟磁性体形成用硬化性 シリコーン組成物の厚さが15mmとなるように成形した 状態で、120℃で60分間加熱して、前記組成物を硬 R 2616に規定の熱線法に従って、京都電子工業株 式会社製の迅速熱伝導率計QTM-500により測定し た。

【0043】[実施例1]混合装置により、粘度が40 OmPa·sである分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基 封鎖ジメチルポリシロキサン(ビニル基の含有量=0. 44重量%) 9.87重量部、粘度が35,000mPa·s である分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ジメ チルポリシロキサン (ビニル基の含有量=0.09重量 50 %) 20.58重量部、特許第2,523,388号公報

に記載された方法に基づいて調製された、D,。(粒度分 布計で測定された粒子径の小さいほうから重量を累計し て50%になったときの粒子径)が15μmであり、比 表面積が1.4 m²/gである、粉砕扁平加工を施し、表 面に酸化皮膜の処理を施したFe-Si-Cr合金粉6 7.5 重量部、および式:

15

 $(CH_{2} = CH)(CH_{3})_{2} SiO[(CH_{3})_{2} SiO]_{2}, Si(OCH_{3})_{3}$ で表されるオルガノシロキサンオリゴマー1.0重量部 を混合して、前記合金粉の表面を該オルガノシロキサン オリゴマーにより処理した。

【0044】次に、粘度が5mPa·sであり、一分子中に 平均5個のケイ素原子結合水素原子を有する分子鎖両末 端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチ ルハイドロジェンシロキサンコポリマー(ケイ素原子結 合水素原子の含有量=0.74重量%)0.9重量部、お よび硬化反応抑制剤として、1-エチニル-1-シクロ ヘキサノール0.05重量部を混合した。

【0045】最後に、この混合物に、白金含有量が0. 5重量%である白金の1,3-ジビニル-1,1,3,3-テトラメチルジシロキサン錯体 0.1 重量部を混合して 複合軟磁性体形成用シリコーンゴム組成物を調製した。 この複合軟磁性体形成用シリコーンゴム組成物の成形 性、およびこれを硬化して得られたシート状複合軟磁性 体の諸特性を表1に示した。

【0046】 [実施例2]混合装置により、粘度が1 0,000mPa·sである分子鎖両末端ジメチルビニルシロ キシ基封鎖ジメチルポリシロキサン(ビニル基の含有量) =0.12重量%)19.92重量部、特許第2,523, 388号公報に記載された方法に基づいて調製された。 D,。(粒度分布計で測定された粒子径の小さいほうから 30 との複合軟磁性体形成用シリコーンゴム組成物の成形 重量を累計して50%になったときの粒子径)が15μ mであり、比表面積が0.4 m²/gである、粉砕扁平加 工を施し、表面に酸化皮膜の処理を施したFe-Si-Cr合金粉77.5重量部、および式:

 $(CH_{+}=CH_{+})(CH_{+})_{1}SiO[(CH_{+})_{2}SiO]_{2}, Si(CCH_{+})_{3}$ で表されるオルガノシロキサンオリゴマー1.0重量部 を混合し、前記合金粉の表面を該オルガノシロキサンオ リゴマーにより処理した。

【0047】次に、粘度が20mPa·sであり、一分子中 に平均3個のケイ素原子結合水素原子を有する分子鎖両 40 【0053】[比較例2]実施例1において、式: 末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メ チルハイドロジェンシロキサンコポリマー(ケイ素原子 結合水素原子の含有量=0.13重量%)1.43重量 部、および硬化反応抑制剤として、1-エチニル-1-シクロヘキサノール0.05重量部を混合した。

【0048】最後に、との混合物に、白金含有量が0. 5 重量%である白金の1,3-ジビニル-1,1,3,3-テトラメチルジシロキサン錯体 0.1 重量部を混合して 複合軟磁性体形成用シリコーンゴム組成物を調製した。 この複合軟磁性体形成用シリコーンゴム組成物の成形

性、およびこれを硬化して得られたシート状複合軟磁性 体の諸特性を表1に示した。

【0049】[実施例3]混合装置により、粘度が40 OmPa·sである分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基 封鎖ジメチルポリシロキサン(ビニル基の含有量=0. 44重量%) 3.89重量部、粘度が35,000mPa·s である分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖ジメ チルポリシロキサン(ビニル基の含有量=0.09重量 %) 8.11重量部、特公昭54-27557号公報に 10 記載された方法に基づいて調製された、D,。(粒度分布 計で測定された粒子径の小さいほうから重量を累計して 50%になったときの粒子径)が10μmであり、比表 面積が0.5 m²/g である、粉砕加工を施したMn-M g-Znフェライト粉86.5重量部、および式:  $(CH_{2} = CH)(CH_{3})_{2} SiO[(CH_{3})_{2} SiO]_{2}, Si(OCH_{3})_{3}$ で表されるオルガノシロキサンオリゴマー1.0重量部 を混合し、前記フェライト粉の表面を該オルガノシロキ サンオリゴマーにより処理した。

【0050】次に、粘度が5mPa·sであり、一分子中に 20 平均5個のケイ素原子結合水素原子を有する分子鎖両末 端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチ ルハイドロジェンシロキサンコポリマー(ケイ素原子結 合水素原子の含有量=0.74重量%)0.35重量部、 および硬化反応抑制剤として、1-エチニル-1-シク ロヘキサノール0.05重量部を混合した。

【0051】最後に、この混合物に、白金含有量が0. 5重量%である白金の1,3-ジビニル-1,1,3,3-テトラメチルジシロキサン錯体0.1 重量部を混合して 複合軟磁性体形成用シリコーンゴム組成物を調製した。 性、およびこれを硬化して得られたシート状複合軟磁性 体の諸特性を表 1 に示した。

【0052】[比較例1]実施例1において、式:  $(CH_{2}-CH_{3})(CH_{3})_{2}$  SiO[(CH\_{3})\_{3} Si(OCH\_{3})\_{3} で表されるオルガノシロキサンオリゴマーを添加しない 以外は実施例1と同様にして複合軟磁性体形成用シリコ ーンゴム組成物を調製した。この複合軟磁性体形成用シ リコーンゴム組成物の成形性、およびこれを硬化して得 られたシート状複合軟磁性体の諸特性を表1に示した。  $(CH_{+}CH)(CH_{+})_{1}SiO[(CH_{+})_{2}SiO]_{2}, Si(OCH_{+})_{3}$ で表されるオルガノシロキサンオリゴマーの替わりに、 式:

 $(CH_3)_3 SiO[(CH_3)_2 SiO]_2_3 Si(OCH_3)_3$ で表されるオルガノシロキサンオリゴマーを同量添加し た以外は実施例1と同様にして複合軟磁性体形成用シリ コーンゴム組成物を調製した。この複合軟磁性体形成用

シリコーンゴム組成物の成形性、およびこれを硬化して 得られたシート状複合軟磁性体の諸特性を表1に示し

50 た。

18

[0054] [比較例3] 実施例3において、式: (CH, =CH)(CH,), SiO[(CH,), SiO], Si (OCH,), で表されるオルガノシロキサンオリゴマーを添加しない以外は実施例3と同様にして複合軟磁性体形成用シリコ

\* リコーンゴム組成物の成形性、およびこれを硬化して得られたシート状複合軟磁性体の諸特性を表1に示した。 【0055】

【表1】

ーンゴム組成物を調製した。この複合軟磁性体形成用シャ

17

区分	本発明			比 較 例		
項目	実施例1	実施例2	実施例3	比較例1	比較例2	比較例3
成形性	0	0	0	× ボイドあり	× ボイドあり	× シートにならず
透磁率	19	15	1 3	1 5	10	
難燃性	V-1 相当	V-0 相当	V-0 相当	V-1 相当	V-1 相当	
熱伝導率 (W/mK)	1.4	1.5	1.4	1.0	1.0	_

[0056]

【発明の効果】本発明の複合軟磁性体形成用硬化性シリコーン組成物は、電磁波吸収特性が優れる複合軟磁性体を得るため軟磁性粉を高充填しても、前記複合軟磁性体を成形性良く形成することができる。また、本発明の複※

※合軟磁性体は電磁波吸収特性が優れ、かつ難燃性および 熱伝導性が優れる電子機器の電磁ノイズ対策材料を提供 することができ、さらには、ハロゲン系材料を含まない 場合でも、難燃性を実現できるため、環境負荷の少ない 電磁ノイズ対策材料を提供することができる。

#### フロントページの続き

(51)Int.Cl.'

識別記号

FI

テーマコート'(参考)

// H O 1 F 1/00

1/37

HO1F 1/37 1/00

C

(72)発明者 関場 一広

千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウ コーニング・シリコーン株式会社研究開発 本部内

(72)発明者 田中 隆

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティ ーディーケイ株式会社内

(72)発明者 佐々木 寿規

東京都中央区日本橋一丁目13番 1号 ティーディーケイ株式会社内

(72)発明者 ▲高▼橋 英臣

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

Fターム(参考) 4F071 AA67 AB06 AB08 AB12 AB18

AD02 AE02 AE14 AE22 AF36

AF41 AF44 AF47 AH12 AH19

BA09 BB03 BC01

4J002 CP031 CP041 CP061 CP141

CP142 DC006 DE116 EC077

EG047 EK037 EK047 EK057 EZ007 EZ017 FA016 FD010

FD130 FD147 FD200 FD206

GR02

5E040 AB03 BB03 BC01 CA13

5E041 AB01 AB02 AB03 AB04 AB12

BC01 CA06

5E321 8B32 BB51 BB53 BB60 GG11